



(12) 发明专利申请公开说明书

[21] 申请号 87105272.5

[51] Int.Cl⁴
C07J 9/00

3) 公开日 1989年2月15日

[22]申请日 87.7.27

[71]申请人 昆明医学院

地址 云南省昆明市人民西路84号

[72]发明人 魏钧炯 曹树明 詹尔益

[74]专利代理机构 云南省专利事务所

代理人 张 怡 杨再新

说明书页数: 9

附图页数: 2

[54]发明名称 含皂甙类植物可用成分的提取方法

[57]摘要

本发明是一种含皂甙类植物可用成分的提取方法。将含皂甙类植物用水煮沸,收集馏液得挥发性成分,再经水煮及乙醇处理,所得沉淀物经其它处理可得多糖;上清液经中性 AL_2O_3 柱层析后用不同浓度乙醇洗脱,经丙酮处理即得部分单体皂甙及混合皂甙。本发明具有操作简单、成本低、得率高等优点,是一简便、经济、快速的、实用性较强的方法。

1. 一种含皂甙类植物可用成分的提取方法, 尤其是人参属根类植物和其它含皂甙的非人参属植物中挥发性成分、总皂甙、部分单体皂甙和多糖的分离提取方法, 系采用经粗粉碎后, 加入水溶解, 其特征在于:

(a). 用水煮沸、蒸馏、收集溜液, 得到挥发性成分, 母液进行过滤, 在残渣中再加入水煮沸, 反复进行分离提取, 残渣弃之;

(b). 将(a)所得滤液合并, 蒸发浓缩, 加入乙醇, 离心分离沉淀物, 将上清液减压回收乙醇, 再加入乙醇反复处理, 分离出沉淀物, 该沉淀物经处理后得到多糖,

(c). 将(b)所得上清液经中性 Al_2O_3 柱层析, 用不同浓度的乙醇洗脱, 收集洗脱液, 经减压浓缩后, 用丙酮处理, 过滤即可得到总皂甙或部分单体皂甙。

2. 按照权利要求1所述的提取方法, 其特征在于在步骤(b)中, 乙醇的加入应使溶液中的乙醇浓度达到70~80%。

3. 按照权利要求1所述的提取方法, 其特征在于在步骤(b)中所用乙醇为工业乙醇。

4. 按照权利要求1所述的提取方法, 其特征是在步骤(c)中所用的不同浓度的乙醇为95%~50%的浓度梯度的乙醇。

含皂甙类植物可用成分的提取方法

本发明是一种含皂甙类植物可用成分的提取方法，尤其是人参属根类植物和其它非人参属植物中挥发性成分、总皂甙、部分单体皂甙和多糖的分离提取方法。

现行经典法是将含皂甙类植物粗粉碎后加乙醇或甲醇处理，石油醚或乙醚脱脂，水饱和正丁醇提取皂甙，回收正丁醇，再用乙醇及丙酮沉淀皂甙，或通过 Al_2O_3 或离子交换树脂精制。分纯单体皂甙，还得反复交替使用硅胶反相层离或大孔树脂层离等方法。用以上方法提取皂甙，具有有机溶剂用量大，成本高，操作复杂，收率偏低，各组份组成不稳定等缺点。分离单体皂甙还需使用昂贵的仪器、试剂，其方法不适用于生产，加之分离量小，不能达到应用目的。

英国专利申请 GB / 378 278 公开了一种用甲醇或乙醇提取人参花和叶中总皂甙的方法，系采用一种非溶剂从皂甙中除去叶绿素和有色物质，脱色后的皂甙提出物溶于适当溶剂，通过酸性 Al_2O_3 柱得总皂甙。因酸性易破坏皂甙，故用酸性 Al_2O_3 柱层析，所得皂甙性质不稳定，且本法仅可提得总皂甙。

《云南植物研究》/ 1984 年第 6 卷第一期报道的“人参和三七皂甙提取分离的一个简单工艺”一文，所述工艺在操作中虽不需石油醚、正丁醇等有机溶剂，但所用大孔树脂价格较高，还

需丙酮、甲醇等预处理，提取单体皂甙要用大孔树脂处理四次，因而操作时间较长，步骤也较复杂，而且工艺流程第一步即用乙醇处理，不能得到植物中挥发性成分和多糖部分。

《特产科学实验》/ 1987年第一期所提“人参皂甙提取工艺的改进”之工艺，操作过程中虽节约了有机溶剂和不需防爆设备，但操作步骤繁杂，所得总皂甙纯度79~81%，收率4%，故产量不高，样品纯度也差，且不能分离单体皂甙。

综上所述，可见以上各法均不能综合分离含皂甙类植物的挥发性成分及多糖。

本发明的目的在于提供一种具有操作简便、成本低，能综合分离含皂甙类植物中挥发性成分，总皂甙、部分单体皂甙和多糖的方法。

本发明工艺步骤主要为：

一、热水处理

将含皂甙植物粗粉碎加水煮沸、蒸馏，其中的挥发性成分可由气相分离而出，收集馏液，得挥发性成分。母液趁热过滤，残渣加水煮沸，反复多次提取后，残渣弃之。

二、乙醇处理

合并上述滤液，蒸发浓缩，加入乙醇，放置，离心分离沉淀物，得上清液后减压回收乙醇，再加入乙醇，离心沉淀，反复多

次。此过程中所得沉淀物经处理，可得多糖成分。

三、精制及分离部分单体皂甙

上述步骤所得上清液经中性 Al_2O_3 柱层析，用不同浓度乙醇洗脱，收集洗脱液，经减压浓缩后，用丙酮处理，即可得部分单体皂甙及一些混合皂甙。

本发明所述方法主要适用于从人参属根类植物如人参 (*Panax ginseng* C. A. Meyer)、三七 (*Panax natoginseng* (Bark) chen)、珠子参 (*Panax japonicus* var *major*)、竹节参 (*Panax japonicus* C. A. Meyer)、西洋参 (*Panax quinquefolium* Linne) 和其它含皂甙的非人参属植物，如葫芦科的雪胆类 (*Hemsleya* spp)、毛茛科的虎掌草 (*Anemone rivcelaris*) 等中提取皂甙，挥发性成分及多糖成分。在热水处理步骤中，由于挥发性成分可从气相中分离出，而皂甙、多糖则溶于水，存于母液中，加入乙醇后，应使溶液中乙醇浓度为 70~80%，利于皂甙在其中溶解，多糖部分因不溶解而沉淀析出。此步骤中，所用乙醇为工业乙醇。经 Al_2O_3 柱层析时，所用乙醇浓度采用 95%~60% 梯度洗脱，分别收集洗脱液，通过蒸发浓缩、丙酮处理及过滤，从而分离出部分单体皂甙及一些混合皂甙。

本发明实施例：

1. 取经粗粉碎的200头三七200g, 置于3000 ml园底烧瓶内, 加自来水/300 ml, 蒸馏得溜液200 ml (具三七芳香味), 加2g NaCl 防腐防霉。

上述母液趁热过滤, 残渣加自来水/500 ml煮沸30~60分钟, 过滤, 共三次, 合并滤液将其置于蒸发皿器内, 在水浴上蒸发浓缩至200 ml左右, 加入工业乙醇使成70%乙醇浓度的溶液, 静置一天, 离心分离沉淀物 (含蛋白、多糖等杂质) 得上清液约900 ml, 减压回收乙醇 (70℃以下) 至/30 ml左右, 加入工业乙醇使成70%乙醇浓度, 静置, 离心沉淀, 得上清液, 减压回收乙醇至/10 ml左右, 再加工业乙醇450 ml, 静置, 使多糖、蛋白等杂质沉淀后离心分离。

上清液通过400g中性 Al_2O_3 柱层析, 柱直径3.5cm, 分别以95%, 85%, 70%, 60%乙醇洗脱, 每/000 ml洗脱液收集一份, 将收集的各份洗脱液减压浓缩干后, 加少许85%乙醇 (约30 ml) 溶解, 置于50 ml三角烧瓶内。浓缩液点样在硅胶G板上进行薄层层析, 以 $CHCl_3-MeOH-H_2O$ (65:35:10) 下层展开后, 用15%硫酸乙醇溶液显色, 合并色点相同部分, 分别蒸干后用化学纯丙酮适量搅拌处理三次, 至提取物在丙酮中呈粉末状为止, 经过滤得淡黄色粉末, 可分得三七皂甙-C₁ 和三七皂甙-E₁。

将上述实施例重复再做二次，即得实施例2、3。结果见表

1。

附图及附表说明：

图1是用岛津——930型薄层层析双波长扫描仪对经典法所得总皂甙的扫描图。

图2是用上述仪器对本法实施例1所得三七皂甙—C1的扫描图。

图3是用上述仪器对本法实施例1所得部分混合皂甙的扫描图。

图4是用上述仪器对本法实例1所得混合皂甙的扫描图。

图5是用上述仪器对本法实例1所得三七皂甙—E1的扫描图。

表1是本法所提取各皂甙组份与经典法的比较。

表2中所列的是图2~图5中所得结果用电子计算机处理后得到的各成分百分重量比。

表3中所列的为各种皂甙的结构式。

附图中的横坐标P为色点位置，纵坐标D为光密度。

表3中glu为葡萄糖，xyI为木糖，rha为鼠李糖。

本发明在操作过程中，乙醇用量较小，所得挥发性成分和多糖经处理后可综合利用，回收的乙醇还能反复使用，分离提取时

层析一次即可得到较高含量的人参和三七中主要的生理活性成分：人参皂甙—R_{g1}（三七皂甙—C₁）和人参皂甙—R_{D1}（三七皂甙—E₁）。AL₂O₃经洗涤处理烧灼后仍可重复应用。因而，该发明具有操作简便，消耗有机溶剂少，成本低，总皂甙、单体皂甙得率高等优点，它可充分利用和节约三七、人参等贵重原料，提取的成分可综合利用，是一简便、经济而快速的实用性较强的方法。

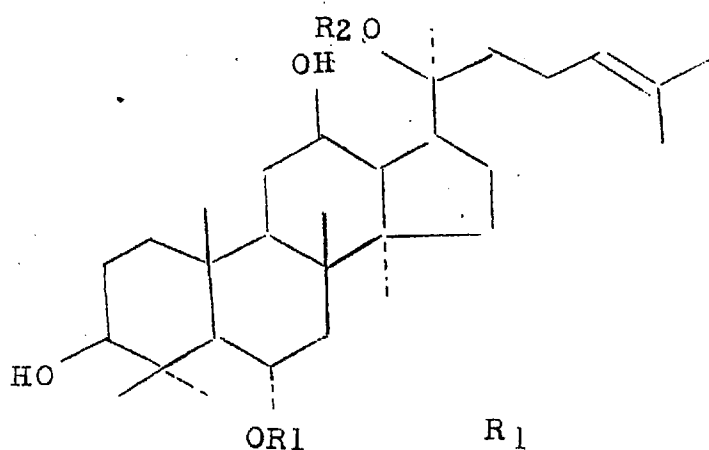
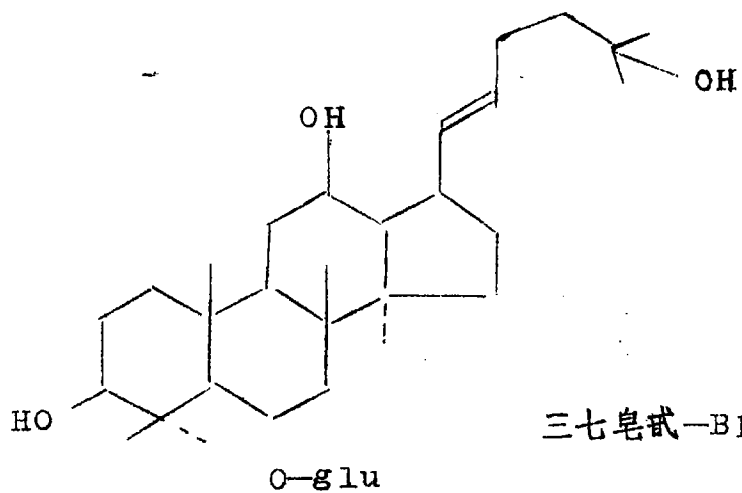
表 1

	三七皂甙 B ₁ 、B ₂ B ₃ (%)	三七皂甙 —C ₁ (%)	三七皂甙 —C ₂ (%)	三七皂甙 —C ₃ (%)	三七皂甙 —D ₁ (%)	三七皂甙 —D ₂ (%)	三七皂甙 —D ₃ (%)	未知皂甙 (%)	三七皂甙 —E ₁ (%)	三七皂甙 —E ₂ (%)	三七皂甙 —E ₃ (%)	糖 (%)	总皂甙 得率 (%)
经典法	1.0	53.5			14.5	3.9	1.0	1.3	24.1	0.3			10.14
本法 (1)	2.4	40.5		0.04	12.0	7.4	1.1	1.5	29.5	0.4	1.50	3.1	13.29
本法 (2)	1.3	39.6			13.4	5.4	0.6	1.1	29.5	2.0	0.5	6.5	12.74
本法 (3)	2.80	43.4	0.44		10.3	7.1	2.3	0.3	31.0	1.2	0.01	1.3	14.18

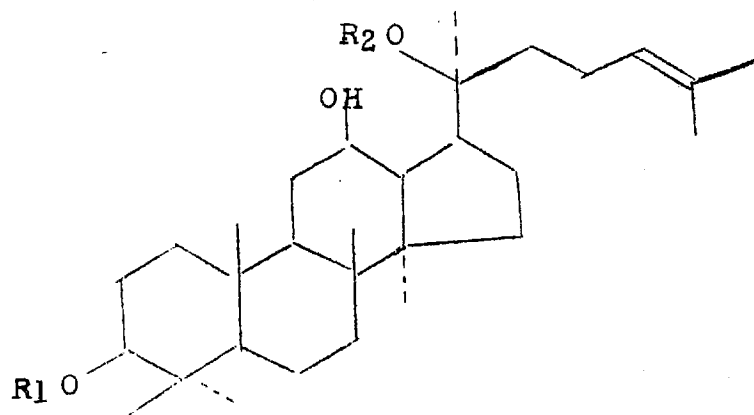
表2

图 号	成 份	重量百分比 (%)
2	三七皂甙—D 1	0.1
	三七皂甙—C 1	92.5
	三七皂甙—B 1、B 2、B 3	7.2
3	三七皂甙—D 2	2.2
	三七皂甙—D 1	26.5
	三七皂甙—C 1	69.7
	三七皂甙—B 1、B 2、B 3	1.4
4	三七皂甙—E 3	0.2
	糖 S	7.0
	三七皂甙—E 1	26.6
	未知皂甙	1.9
	三七皂甙—D 3	2.4
	三七皂甙—D 2	15.5
	三七皂甙—D 1	11.4
	三七皂甙—C 1	30.9
	三七皂甙—C 3	0.1
	三七皂甙—B 1、B 2、B 3	3.1
5	三七皂甙—E 3	7.2
	三七皂甙—E 2	1.8
	三七皂甙—E 1	87.1
	未知皂甙	3.7

表 3



	R ₁	R ₂
三七皂甙-B2 (人参皂甙 Rh1)	glu	H
三七皂甙-C1 (人参皂甙-Rg1)	glu	glu
三七皂甙-D1 (人参皂甙-Re)	glu21rha	glu
(三七皂甙-R1)	glu21glu	glu



(续表3)

	R ₁	R ₂
三七皂甙-D ₂ (人参皂甙-R _d)	glu <u>21</u> glu	glu
三七皂甙-D ₃ (七叶胆皂甙XVII)	glu glu	glu61glu
三七皂甙-C ₃ (20(S)人参皂甙-R _{g3})	glu <u>21</u> glu	H
三七皂甙-E ₁ (人参皂甙-R _{b1})	glu <u>21</u> glu	glu <u>61</u> glu
三七皂甙-E ₂ (三七皂甙-R ₄)	glu glu	glu <u>61</u> glu
		<u>61</u> xy1

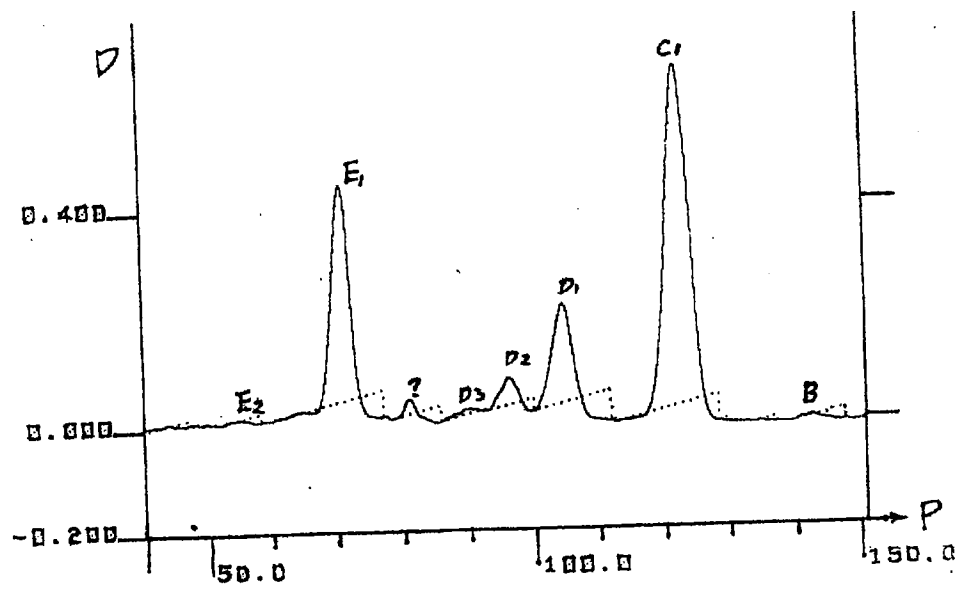


图 1

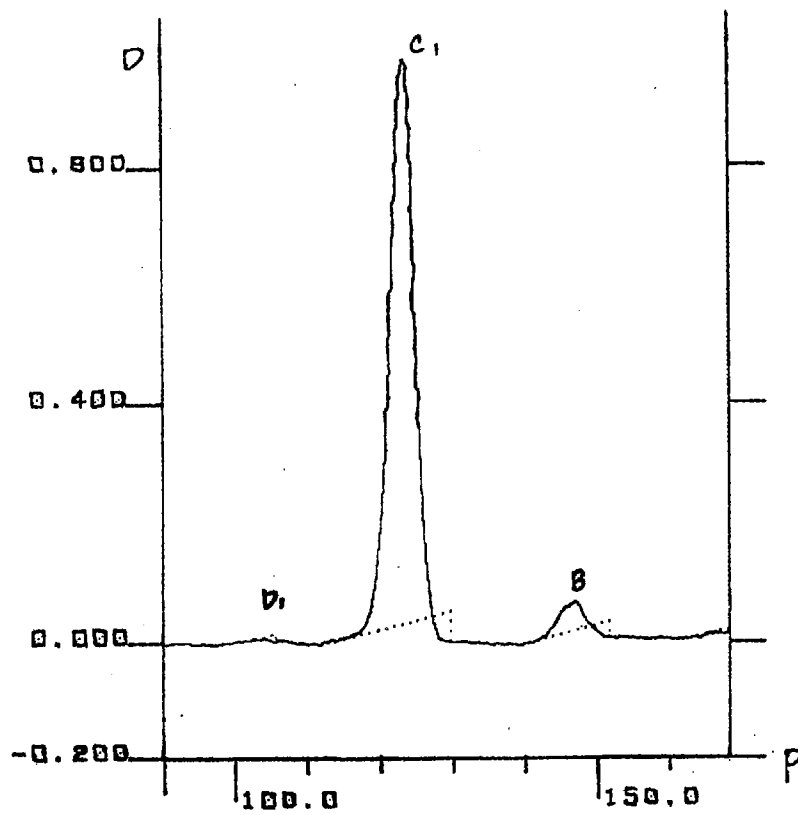


图 2

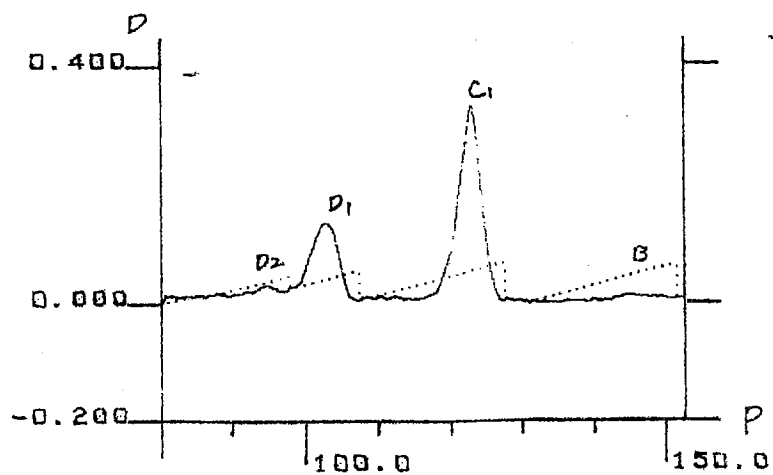


图 3

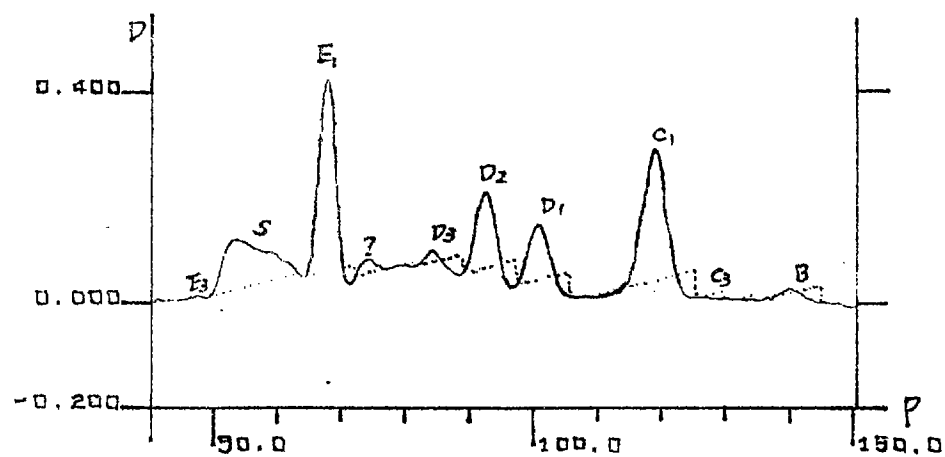


图 4

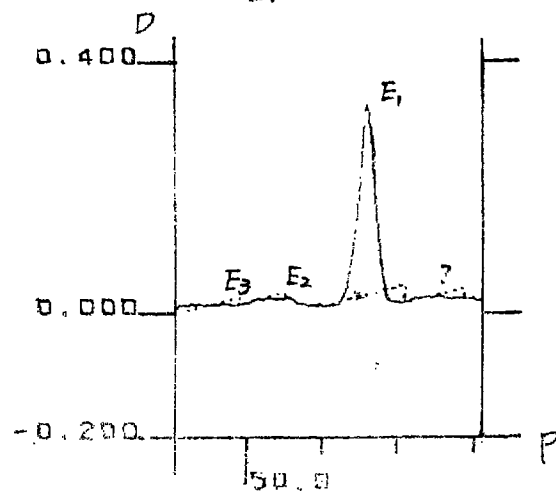


图 5